

PCT/JP03/02801
Rec'd PCT/PTO 10 SEP 2004
07.05.03
10/507172

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日
Date of Application:

2002年 3月13日

出 願 番 号
Application Number:

特願2002-069074

[ST.10/C]:

[JP2002-069074]

出 願 人
Applicant(s):

石原産業株式会社

REC'D 05 JUN 2003

WIPO

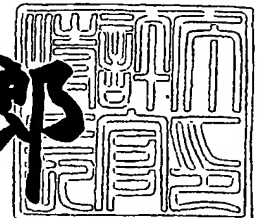
PCT

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年 4月22日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

太田 信一郎



出証番号 出証特2003-3029512

【書類名】 特許願

【整理番号】 P2002011

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C09C 3/12
C01G 23/04

【発明者】

【住所又は居所】 三重県四日市市石原町1番地 石原産業株式会社 四日市事業所内

【氏名】 高橋 英雄

【発明者】

【住所又は居所】 三重県四日市市石原町1番地 石原産業株式会社 四日市事業所内

【氏名】 赤松 俊彦

【発明者】

【住所又は居所】 三重県四日市市石原町1番地 石原産業株式会社 四日市事業所内

【氏名】 重野 雄次

【特許出願人】

【識別番号】 000000354

【住所又は居所】 大阪府大阪市西区江戸堀1丁目3番15号

【氏名又は名称】 石原産業株式会社

【代表者】 溝井 正彦

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 056823

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

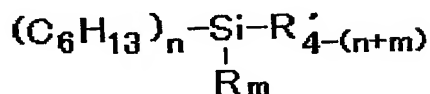
【書類名】明細書

【発明の名称】二酸化チタン顔料の製造方法及び該二酸化チタン顔料を配合した樹脂組成物

【特許請求の範囲】

【請求項1】式(1)

【化1】



[Rは炭素数が5以下のアルキル基、R'は加水分解性基であり、nは1～3、mは0～2で、 $n+m \leq 3$ を満たす整数である。]で表されるアルキルシラン化合物の加水分解生成物を、二酸化チタン顔料粒子表面に乾式被覆処理することを特徴とする二酸化チタン顔料の製造方法。

【請求項2】R'がメトキシ基またはエトキシ基であることを特徴とする請求項1記載の二酸化チタン顔料の製造方法。

【請求項3】気体を粉碎媒とする流体エネルギー粉碎機を用いて二酸化チタン顔料を粉碎する際に、式(1)で表されるアルキルシラン化合物の加水分解生成物を前記粉碎機中に添加して乾式被覆処理することを特徴とする請求項1記載の二酸化チタン顔料の製造方法。

【請求項4】水蒸気を粉碎媒とする流体エネルギー粉碎機を用いて二酸化チタン顔料を粉碎する際に、式(1)で表されるアルキルシラン化合物を前記粉碎機中に添加して前記アルキルシラン化合物の加水分解生成物を乾式被覆処理することを特徴とする請求項1記載の二酸化チタン顔料の製造方法。

【請求項5】乾式被覆処理の温度が120～300℃であることを特徴とする請求項3又は4記載の二酸化チタン顔料の製造方法。

【請求項6】アルキルシラン化合物の加水分解生成物の乾式被覆処理量がアルキルシラン化合物換算で二酸化チタン顔料に対して0.01～3.0重量%の範囲であることを特徴とする請求項1記載の二酸化チタン顔料の製造方法。

【請求項7】二酸化チタン顔料粒子が予め無機化合物で被覆されたものであ

ることを特徴とする請求項1記載の二酸化チタン顔料の製造方法。

【請求項8】無機化合物がアルミニウムの水和酸化物であることを特徴とする請求項7記載の二酸化チタン顔料の製造方法。

【請求項9】アルミニウムの水和酸化物の被覆量が Al_2O_3 換算で0.01～1.0重量%の範囲であることを特徴とする請求項8記載の二酸化チタン顔料の製造方法。

【請求項10】分散性が 20 kg/cm^2 以下であることを特徴とする請求項1記載の二酸化チタン顔料の製造方法。

【請求項11】請求項1記載の製造方法で得られた二酸化チタン顔料とプラスチック樹脂とを含む樹脂組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、プラスチック系での加工特性や分散性に優れた二酸化チタン顔料の製造方法及びその製造法で得られた二酸化チタン顔料を配合した樹脂組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】

二酸化チタン顔料は親水性を有しているので、有機系の樹脂への親和性が低く、プラスチック系での分散性や充填性が低く、特に薄膜フィルム加工する場合、二酸化チタン顔料に起因する水分が原因となって、レーシング（発泡）やピンホールが発生し易い。このため、二酸化チタン顔料の表面を有機ケイ素化合物で被覆することで、プラスチック樹脂への親和性と疎水性とを付与する方法が知られている。

【0003】

有機ケイ素化合物の中でも加水分解性アルキルシラン化合物の加水分解生成物は、その水酸基が二酸化チタン顔料の表面に有する水酸基と反応して化学結合し、二酸化チタン顔料の疎水性、プラスチック樹脂との親和性を高度に改良でき、一方、前記加水分解生成物のアルキル基は有機化合物に対して不活性であり、プ

ラスチック樹脂種の選択性が優れているので、このような分野で広く用いられている。しかし、一般的に疎水性に優れた加水分解性アルキルシラン化合物の加水分解生成物は耐熱性が低く、これを被覆した二酸化チタン顔料は被覆後の乾燥、粉碎工程での加熱により顔料粉体が黄味を帯び、ひいてはプラスチックに成形加工したのも黄味を帯びてしまうという問題があった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、以上に述べた従来技術の問題点を克服し、疎水性（すなわち樹脂との親和性）、分散性と耐熱性とのバランスが優れ、とりわけプラスチックの薄膜フィルム加工に適した二酸化チタン顔料の製造方法及びその方法で得られた二酸化チタン顔料を配合した樹脂組成物を提供するためになされたものである。

【0005】

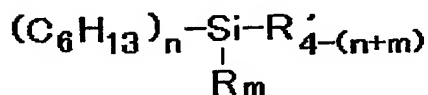
【問題を解決するための手段】

本発明者らは、これらの問題点を解決すべく鋭意研究を重ねた結果、特定の有機シラン化合物の加水分解生成物を、乾式処理により二酸化チタン顔料の粒子表面に被覆すれば、優れた疎水性と分散性とが得られ、耐熱性にも優れたものになることを見出し、本発明を完成した。

【0006】

すなわち、本発明は式（1）

【化2】



〔Rは炭素数が5以下のアルキル基、R'は加水分解性基であり、nは1～3、mは0～2で、 $n+m \leq 3$ を満たす整数である。〕で表されるアルキルシラン化合物の加水分解生成物を、二酸化チタン顔料粒子表面に乾式被覆処理することを特徴とする二酸化チタン顔料の製造方法である。

【0007】

【発明の実施の形態】

本発明は二酸化チタン顔料の製造方法であって、式(1)で表されるアルキルシラン化合物の加水分解生成物を、二酸化チタン顔料粒子表面に乾式被覆処理することを特徴とする。アルキルシラン化合物はアルキル基の炭素数が7個以上になると耐熱性が著しく低くなるが、二酸化チタン顔料に高度の疎水性、分散性を付与するには、従来は炭素数が6個のものを用いて湿式で処理しても不十分であった。しかし、本発明では乾式処理することにより、アルキルシラン化合物の加水分解生成物と二酸化チタン顔料が表面に有する水酸基との化学的反応、結合が生じ易くなり、親水性の二酸化チタン顔料の表面が十分に被覆されるものと推測される。このため、式(1)で表されるアルキルシラン化合物のように、少なくとも1個のアルキル基の炭素数が6個であれば、他のアルキル基の炭素数が5個以下であっても、疎水性が高く、プラスチック樹脂との親和性が高い二酸化チタン顔料が得られる。全てのアルキル基の炭素数が5個以下のアルキルシラン化合物(式(1)で $n=0$ 、 $m=3$ の場合)は、疎水性や有機物との親和性が低く、乾式処理を適用しても所望の特性が得られない。

【0008】

加水分解性基(式中の R')としてはハロゲン基、水酸基であるもの等特に制限は無いが、有害な二次生成物が発生し難く、安定性に優れたアルコキシ基であるものが望ましく、アルコキシ基がメトキシ基またはエトキシ基であれば加水分解性に優れているので、より望ましい。更には、二酸化チタン顔料表面の水酸基との反応サイトが多い式中の $n+m$ が1または2のものが望ましい。具体例としては、ヘキシルトリメトキシシラン、ヘキシルトリエトキシシラン、ヘキシルメチルジメトキシシラン、ヘキシルメチルジエトキシシラン等を挙げることができ、これらは単独あるいは2種以上の組み合わせで使用することもできる。

【0009】

本発明における加水分解生成物とは、アルキルシラン化合物の加水分解性基が加水分解されてシラノールになったものや、シラノール同士が重縮合し、シロキサン結合を有するオリゴマーやポリマーになったものをいい、本発明の目的を害さない範囲で未反応のアルキルシラン化合物を一部含んでいても良い。また、乾式被覆処理とは、気相中で、二酸化チタン顔料とアルキルシラン化合物またはそ

の加水分解生成物とを接触させて二酸化チタン顔料粒子表面にアルキルシラン化合物の加水分解生成物を被覆する方法を言う。

【0010】

式(1)で表されるアルキルシラン化合物の加水分解生成物の被覆を、例えば二酸化チタン顔料を水や有機溶媒等の液状媒体中で、アルキルシラン化合物と接触させる所謂湿式処理で行う場合、スラリーのpHがアルカリ性の領域では、アルキルシラン化合物の加水分解速度が低下したり、加水分解してもシラノール同士の重縮合が優先的に進行したり、シラノールの二酸化チタン顔料表面の水酸基との反応性が低下するなどして、加水分解生成物の被覆が困難となる。また、スラリーのpHが中性～酸性領域にすると、二酸化チタン顔料が凝集して沈降したり、あるいはスラリーの粘度が上昇し、工業規模では十分な混合・攪拌が難しく、均一な被覆が困難となる。

【0011】

乾式被覆処理は、酸化チタン顔料とアルキルシラン化合物の加水分解生成物とを高速攪拌機等を用いて混合しても良いが、①二酸化チタン顔料を気体を粉碎媒とする流体エネルギー粉碎機を用いて粉碎する際に予め調整したアルキルシラン化合物の加水分解生成物を粉碎機中に添加したり、あるいは②水蒸気を粉碎媒とする流体エネルギー粉碎機を用いて粉碎する際にアルキルシラン化合物を粉碎機中に添加したりして行くと、顔料の粉碎と被覆処理が同時に行えるので好ましい。流体エネルギー粉碎機としては、ジェットミルのような旋回式のものを用いると粉碎効率が良く、混合性も優れているので好ましい。①の方法において、粉碎媒となる気体は空気や水蒸気等を用いることができ、特に制限は無い。また、②の方法では、アルキルシラン化合物が水蒸気と反応し、加水分解生成物を生成しながら二酸化チタン顔料に被覆される。

【0012】

乾式被覆処理の温度を120～300℃にすると、アルキルシラン化合物の加水分解生成物と二酸化チタン顔料表面の水酸基との反応が一層進み、より均一に被覆できるので望ましい。乾式被覆処理の温度を上記範囲で行なうには、粉碎機内部を予め上記範囲の温度に加熱したり、粉碎媒となる気体を予め上記範囲の

温度に加熱したものをを用いることで行なえる。

【0013】

上記②の方法において、予め加水分解生成物を調製するには、アルキルシラン化合物と水とを混合すれば良く、混合物の濃度は5～95重量%の範囲とするのが好ましく、60～95重量%の範囲が更に好ましい。水または混合液を中性～酸性の領域にpHを調整すると、加水分解が進み易いので好ましい。酸性の領域では、疎水性の加水分解生成物の重縮合物が生成し難くなり、水性混合液として取り扱い易く、そのpHは0.5～6の範囲に調製するのが好ましく、更に好ましい範囲は1.5～4である。中性の領域でも低級アルコール等の相溶剤を加えれば、水性混合液として取り扱い易くなる。

【0014】

アルキルシラン化合物の加水分解生成物の乾式被覆処理量は、アルキルシラン化合物に換算して0.01～3.0重量%が好ましく、より好ましくは0.02～1.0重量%である。これより少ないと所望の効果が得られ難く、これより多いとアルキルシラン化合物の添加量に見合った効果が認められず、経済的に不利である。

【0015】

本発明では、耐候性、耐光性等の付与、生産性の向上等、所望する特性に応じ、本発明の目的を損なわない範囲で、二酸化チタン顔料粒子として、予めその表面に無機化合物の被覆層を有するものをを用いることが好ましい。例えば、そのような無機化合物として、当分野において公知のアルミニウム、ケイ素、スズ、ジルコニウム等の水和酸化物、あるいはリン酸アルミニウム等それらのリン酸塩等が挙げられ、それらを2種以上組合せて被覆しても良い。無機化合物は二酸化チタン顔料の全面を被覆している必要はなく、所望の特性が得られる範囲で、一部未被覆の部分を含んでいても良い。

【0016】

無機化合物の被覆層を有しない二酸化チタン顔料は、一般的に耐光性が低いため、これを配合したプラスチック樹脂が紫外線下で変色、褪色するか、または分解が促進され易くなるので、本発明においては、特に、予めアルミニウムの水和

酸化物を含む被覆層を有する二酸化チタン顔料を用いるのが望ましい。アルミニウムの水和酸化物を被覆すると、二酸化チタン顔料の製造工程において、脱水、乾燥、粉碎などの操作が容易となるので、この被覆は工業的にも望ましいものである。

【0017】

アルミニウムの水和酸化物の被覆量は、二酸化チタンに対し Al_2O_3 換算で0.01~1.0重量%の範囲であることが好ましく、0.05~0.5重量%の範囲であれば更に好ましい。0.01重量%より少ないと、所望の耐光性が得られ難く、1.0重量%より多いと、水和酸化物中に含まれる結合水のために、二酸化チタン顔料をプラスチック樹脂に配合して薄膜フィルム加工などを行うと、プラスチック成形時に水分に起因する加工不良が生じ易くなる。

【0018】

アルミニウムの水和酸化物の被覆は公知の方法を用いて良く、例えば、(1)二酸化チタン顔料を分散させた水性スラリーに、アルミニウム化合物の水溶液を添加し、酸性化合物、または塩基性化合物の水溶液を用いてpHを4~9に調整する、(2)二酸化チタン顔料の水性スラリーに、酸性化合物または塩基性化合物の水溶液を添加して前記範囲のpHを維持しながら、アルミニウム化合物の水溶液を該スラリー中に添加する、などいずれの方法で行っても良い。被覆を行った後は、必要に応じて濾過、洗浄、乾燥等を行う。

【0019】

水性スラリー中の二酸化チタン顔料の固形分濃度は、50~800g/リットルの範囲であり、好ましくは100~500g/リットルの範囲である。800g/リットルより濃度が高いと、水性スラリーの粘度が高くなり過ぎて、二酸化チタン顔料粒子表面へのアルミニウムの水和酸化物の均一な被覆が困難になる。また、50g/リットルより低いと、工業上の操作性が低下する。

【0020】

用いるアルミニウム化合物としてはアルミン酸ナトリウム、硫酸アルミニウム、硝酸アルミニウム、塩化アルミニウム等が挙げられる。また、pHの調整には硫酸、塩酸等の無機酸、または酢酸、ギ酸等の有機酸等の酸性化合物や、水酸化

ナトリウム、水酸化カリウム、アンモニア等の無機塩基性化合物を用いることができる。

【0021】

本発明で得られる二酸化チタン顔料は、 $0.1 \sim 0.4 \mu\text{m}$ の範囲の平均粒子径（電子顕微鏡写真法）を有しており、 $0.1 \sim 0.25 \mu\text{m}$ の範囲にあれば更に好ましい。その結晶形はアナターゼ型、ルチル型のいずれでも良く、両者の混合物であっても良い。用いる二酸化チタン顔料粒子の製造方法には特に制限は無く、例えば硫酸チタン溶液を加水分解するいわゆる硫酸法によって得ても、あるいはハロゲン化チタンを気相酸化するいわゆる塩素法によって得ても良い。

【0022】

本発明で得られた二酸化チタン顔料は、 20 kg/cm^2 以下の分散性を有している。本発明における分散性とは、下記の方法で測定したものである。

【0023】

（分散性評価方法）

二酸化チタン顔料 500 g と冷凍粉碎したポリエチレン樹脂〔住友化学工業（株）製スミカセン L-705〕 500 g およびステアリン酸亜鉛 20 g をジューズミキサーで5分間混合する。このものを東洋精機製ラボプラストミル二軸押出機を用いて樹脂温度を 280°C に設定し、排出側に 1450 メッシュのスクリーンを設定し、1時間かけて溶融押し出しする。押し出し開始時と1時間押し出し後の樹脂圧を測定し、その差を分散性の値とする。

【0024】

次に、本発明は樹脂組成物であって、前記の二酸化チタン顔料とプラスチック樹脂とを含むことを特徴とする。この樹脂組成物はレーシング、ピンホール等や二酸化チタン顔料の分散性不良粒子が表面に突出するような加工不良がほとんど無く、優れた表面平滑性や光沢を有する。

【0025】

用いるプラスチック樹脂としては、ポリオレフィン樹脂、塩ビ樹脂、ポリスチレン樹脂、ABS樹脂、エンジニアリングプラスチック等の熱可塑性樹脂、フェノール樹脂、ウレタン樹脂、不飽和ポリエステル樹脂等の熱硬化性樹脂等が挙げ

られ、特に制限は無く種々のものが使用できる。

【0026】

二酸化チタン顔料とプラスチック樹脂との配合割合は特に制限されないが、プラスチック樹脂100重量部に対し、二酸化チタン顔料が0.01～900の範囲、更に好ましくは0.1～200重量部の範囲である。また、用途に応じて樹脂組成物に、当業者に公知の安定剤、分散剤、滑剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、補強剤、充填剤等の種々の添加剤やフィラー等を加えることができる。

【0027】

本発明の樹脂組成物は、二酸化チタン顔料を溶融したプラスチック樹脂に、混練機を用いて配合して得られる。混練機としては、一般的に使用されるもので良く、例えば一軸押出機、二軸押出機、パンバリーミキサー等のインテンシブルミキサー、ロール成形機等が挙げられる。

【0028】

【実施例】

以下に実施例を挙げて本発明をさらに詳細に説明する。以下の実施例は単に例示のために記するものであり、本発明の範囲がこれによって制限されるものではない。

【0029】

実施例1

(アルミニウムの水和酸化物の被覆)

平均粒子径が $0.20\mu\text{m}$ のルチル型二酸化チタン顔料を水と混合して、二酸化チタンの重量として300g／リットルの水性スラリーを調製した。このスラリーを60℃に保持したまま、攪拌しながらアルミン酸ナトリウムを Al_2O_3 として二酸化チタン顔料の重量に対して0.30%添加し、次いで硫酸でpHを5.0に中和しアルミニウムの水和酸化物を被覆した後、濾別、洗浄し、120℃で10時間乾燥した。

【0030】

(アルキルシラン化合物の加水分解生成物の被覆)

上記の二酸化チタン顔料を、250℃に加熱した水蒸気を粉碎媒として用いた

流体エネルギー粉碎機にて粉碎し、その際、二酸化チタン顔料に対して1.0重量%のヘキシルトリエトキシシランを粉碎機中に添加して、ヘキシルトリエトキシシランの加水分解生成物を二酸化チタン顔料粒子表面に乾式被覆処理した。得られた二酸化チタン顔料を試料Aとする。

【0031】

実施例2

二酸化チタン顔料に対し、ヘキシルトリエトキシシランとして1.0重量%に相当するヘキシルトリエトキシシランの加水分解生成物を粉碎機に添加したこと以外は実施例1と同様にして、ヘキシルトリエトキシシランの加水分解生成物を二酸化チタン顔料粒子表面に乾式被覆処理した。得られた二酸化チタン顔料を試料Bとする。尚、ヘキシルトリエトキシシランの加水分解生成物は、ヘキシルトリエトキシシラン9重量部に対して、硫酸でpH2とした水を1重量部加え、1時間攪拌することで調製した。

【0032】

実施例3

ヘキシルトリエトキシシランの代わりにヘキシルトリメトキシシランを用いたことの以外は実施例1と同様にしてヘキシルトリメトキシシランの加水分解生成物を二酸化チタン顔料粒子表面に乾式被覆処理した。得られた二酸化チタン顔料を試料Cとする。

【0033】

実施例4

ヘキシルトリエトキシシランの加水分解生成物の代わりにヘキシルトリメトキシシランの加水分解生成物を用いたこと以外は実施例2と同様にしてヘキシルトリメトキシシランの加水分解生成物を二酸化チタン顔料粒子表面に乾式被覆処理した。得られた二酸化チタン顔料を試料Dとする。

【0034】

実施例5

ヘキシルトリエトキシシランの代わりにヘキシルメチルジエトキシシランを用いたこと以外は実施例1と同様にしてヘキシルメチルジエトキシシランの加水分解

解生成物を二酸化チタン顔料粒子表面に乾式被覆処理した。得られた二酸化チタン顔料を試料Eとする。

【0035】

実施例 6

ヘキシルトリエトキシシランの加水分解生成物の代わりにヘキシルメチルジエトキシシランの加水分解生成物を用いたこと以外は実施例 2 と同様にしてヘキシルメチルジエトキシシランの加水分解生成物を二酸化チタン顔料粒子表面に乾式被覆処理した。得られた二酸化チタン顔料を試料Fとする。

【0036】

比較例 1

ヘキシルトリエトキシシランを用いないこと以外は実施例 1 と同様にして二酸化チタン顔料（試料G）を得た。

【0037】

比較例 2

ヘキシルトリエトキシシランの代わりにオクチルトリエトキシシランを用いたこと以外は実施例 1 と同様にして二酸化チタン顔料（試料H）を得た。

【0038】

比較例 3

ヘキシルトリエトキシシランの代わりにブチルトリエトキシシランを用いたこと以外は実施例 1 と同様にして二酸化チタン顔料（試料I）を得た。

【0039】

比較例 4

実施例 1 においてアルミニウムの水和酸化物を被覆後、水酸化ナトリウムで水性スラリーのpHを9に調整した後、二酸化チタン顔料に対して1.0重量%のヘキシルトリエトキシシランを水性スラリー中に添加し、2時間攪拌した。その後、硫酸でpHを5に調整し、濾別、洗浄し、120℃で10時間乾燥してから、流体エネルギー粉碎機で粉碎して二酸化チタン顔料（試料J）を得た。

【0040】

比較例 5

ヘキシルトリエトキシシランを実施例2で用いたヘキシルトリエトキシランの加水分解生成物に代えたこと以外は比較例4と同様にして二酸化チタン顔料（試料K）を得た。

【0041】

比較例6

ヘキシルトリエトキシシランの代わりにデシルトリエトキシシランを用いたこと以外は実施例1と同様にして二酸化チタン顔料（試料L）を得た。

【0042】

評価1（カールフィッシャー水分）

実施例1～6及び比較例1～5で得られた試料A～Kを、温度25℃、相対湿度55%の恒温恒湿度下で24時間放置し、平衡状態にした後、その試料1gをカールフィッシャー水分測定装置及びそれに付属した水分気化装置（いずれも三菱化学製）を用いて100℃及び300℃のカールフィッシャー水分を測定した。

【0043】

評価2（分散性）

実施例1～6及び比較例1～5で得られた試料A～Kを、段落0023に記載の方法に従い、樹脂圧上昇を測定し、分散性の評価とした。

【0044】

評価3（耐レーシング性）

上記の分散性試験時に、ラボプラストミルの排出側にストランドダイを装着し、ストランドから出てくる溶融物を目視で観察し、発泡の状態から優劣を判定した。判定基準は以下の通りである。

判定◎：発泡が全く認められない。

判定○：発泡がわずかに認められる。

判定△：発泡が一部に認められる。

判定×：発泡が全体に認められる。

【0045】

評価4（耐熱性）

実施例 1～6 及び比較例 1～5 で得られた試料 A～K 4 g を、外径 38 mm φ、内径 33 φ mm、厚さ 5 mm のアルミニウムリングに充填し、プレス機にて 147 MPa の圧力で 5 秒間圧縮成形した後、この成形物を 300℃ で 10 分間加熱した。成形物の加熱前後のハンター表色系 (L、a、b) をカラーコンピューター (SM-5 型：スガ試験機製) を用いて測定し、 $\Delta E [= \{ (\Delta L)^2 + (\Delta a)^2 + (\Delta b)^2 \}^{1/2}]$ を算出した。 ΔE が大きいほど変色が大きく、耐熱性が劣る。

【0046】

水分、耐レーシング性、分散性、耐熱性の評価結果を表 1 に示す。本発明の製造方法で得られた二酸化チタン顔料は優れた疎水性、分散性、加工特性を有していることが判る。また、本発明の樹脂組成物はレーシングがほとんど無い優れた外観を有していることが判る。

【0047】

【表 1】

	試料	水分 (ppm)		分散性 (kg/c m ²)	耐レーシング性	耐熱性 ΔE
		100℃	300℃			
実施例 1	A	1200	2500	5	◎	3.0
実施例 2	B	1200	2500	5	◎	3.0
実施例 3	C	1200	2500	5	◎	3.0
実施例 4	D	1200	2500	5	◎	3.0
実施例 5	E	1200	2500	5	◎	3.0
実施例 6	F	1200	2500	5	◎	3.0
比較例 1	G	3000	5000	200 以上	×	0.5
比較例 2	H	1100	2600	5	◎	5.0
比較例 3	I	1500	3200	30	△	2.0
比較例 4	J	2000	3200	100 以上	△	2.0
比較例 5	K	1800	2800	30	○	3.0

【0048】

評価 5 (粉体色)

実施例 1 及び比較例 1、6 で得られた試料 A、G、L を、評価 4 と同様にして圧縮成形した後、この成形物のハンター表色系 (L、a、b) での粉体色をカラーコンピューター (SM-5 型：スガ試験機製) を用いて測定した。L 値が低いほど白色度が低く、b 値が大きいほど黄味の色調になる。

【0049】

粉体色の評価結果を表 2 に示す。本発明の製造方法で得られた二酸化チタン顔料（試料 A）は、アルキルシラン処理化合物を処理しない場合（試料 G）とほぼ同等の白色度と色調を有する。これは、耐熱性が優れていることから、乾燥や粉碎時の加熱に対しても変色し難くなるのではないかと考えられる。

【 0 0 5 0 】

【表 2】

実施例	試料	L	b
実施例 1	A	9 8 . 5	1 . 3
比較例 1	G	9 8 . 6	1 . 1
比較例 6	L	9 8 . 0	1 . 8

【 0 0 5 1 】

【発明の効果】

本発明の製造方法は、疎水性、分散性、耐熱性に優れた二酸化チタン顔料を提供するもので、この二酸化チタン顔料はプラスチック用着色剤として、特に耐レーシング性が求められるフィルム用等の薄膜加工の分野で有用である。さらに、本発明の樹脂組成物は、レーシング、ピンホール等や二酸化チタン顔料の分散性不良粒子が表面に突出するような加工不良がほとんど無く、優れた表面平滑性や光沢を有するものである。

【書類名】要約書

【要約】

【課題】疎水性、分散性と耐熱性とのバランスが優れ、とりわけプラスチックの薄膜フィルム加工に適した二酸化チタン顔料の製造方法及びその方法で得られた二酸化チタン顔料を配合した樹脂組成物を提供すること。

【解決手段】特定の有機シラン化合物の加水分解生成物を、乾式処理により二酸化チタン顔料の粒子表面に被覆する。

【効果】本発明の製造方法で得られる二酸化チタン顔料はプラスチック用着色剤として、特に耐レーシング性が求められるフィルム用等の薄膜加工の分野で有用である。さらに、本発明の樹脂組成物は、レーシング、ピンホール等や二酸化チタン顔料の分散性不良粒子が表面に突出するような加工不良がほとんど無く、優れた表面平滑性や光沢を有するものである。

【選択図】なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2002-069074
受付番号	50200353321
書類名	特許願
担当官	第六担当上席 0095
作成日	平成14年 3月14日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成14年 3月13日
-------	-------------

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000000354]

1. 変更年月日	1993年 6月21日
[変更理由]	住所変更
住 所	大阪府大阪市西区江戸堀一丁目3番15号
氏 名	石原産業株式会社